Rec'd PCT/PTO 3 0 JUN 2005

PCT. FR 2004 / 000036

REC'D 26 MAR 2004

WIPO PCT

# BREVET D'INVENTION

#### **CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION**

## **COPIE OFFICIELLE**

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le \_\_\_\_\_\_0 6 JAN. 2004

Pour le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle Le Chef du Département des brevets

**DOCUMENT DE PRIORITÉ** 

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS CONFORMÉMENT À LA RÈGLE 17.1.a) OU b) Martine PLANCHE

BEST AVAILABLE COPY

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIETE SIEGE 26 bis, rue de Saint Petersbourg 75800 PARIS cedex 08 Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04 Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23

Mark Contract Control

PRATICULAL COCCUAD IA I ON MP R1.444 OII 19 AVRII



26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

## BREVET NVENTION CERTIFICATION

S'il y a plus d'un demandeur. cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



#### REQUÊTE EN DÉLIVRANCE page 1/2

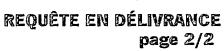


Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire Réservé à l'INPI REMISE DES PIÈCES NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE DATE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE 13 JAN 2003 LIFU 75 INPI PARIS CABINET LAVOIX N° D'ENREGISTREMENT 0300316 2, Place d'Estienne d'Orves NATIONAL ATTRIBUÈ PAR L'INPI 75441 PARIS CEDEX 09 DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 1 3 JAN 2003 Vos références pour ce dossier BFF 01/0141 (facultatif) Confirmation d'un dépôt par télécopie N° attribué par l'INPI à la télécopie NATURE DE LA DEMANDE Cochez l'une des 4 cases suivantes Demande de brevet  $\Sigma$ Demande de certificat d'utilité Demande divisionnaire Demande de brevet initiale No Date No ou demande de certificat d'utilité initiale Date Transformation d'une demande de brevet européen Demande de brevet initiale Nº Date TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) Procédé de fabrication d'un demi-produit en alliage de zirconium pour l'élaboration d'un produit plat et utilisation. DÉCLARATION DE PRIORITÉ Pays ou organisation Date | | | | | No OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE Pays ou organisation LA DATE DE DÉPÔT D'UNE Date \_\_\_\_\_\_ No **DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE** Pays ou organisation Date L L L L N٥ S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases) Personne morale Personne physique Nom COMPAGNIE EUROPEENNE DU ZIRCONTUM ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique Société Anonyme N° SIREN 071500763 Code APE-NAF Tour Framatome, 1 Place de la Coupole Domicile Rue OU Code postal et ville 92400 COURBEVOIE siège FRANCE Pays Française Nationalité N° de téléphone (facultatif) N° de télécopie (facultatif) Adresse électronique (facultatif)



Réservé à l'INPI









REMISE DES PIÈCES DATE	Heserve a FINPI				
	N 2003				
75 INPL	PARIS				
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INF	0300316	6		DB 540 W / 210502	
MANDATAIRE (SILY a lieu)					
Nom					
	Prénom		CARTATURE TAYOTY		
Cabinet ou Société		CABINET LAVOIX			
N °de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel					
Adresse F	Rue	2 Place d'Estienne d'Orves			
Adiesse	Code postal et ville	75441 PARIS CEDEX 09			
I was a summarise makes	Pays		FRANCE		
	N° de téléphone (faculiatif)		01 53 20 14 20		
	N° de télécopie <i>(facultatif)</i> Adresse électronique <i>(facultatif)</i>		01 48 74 54 56		
The state of the s		brevets@cabinet-lavoix.com			
INVENTEUR (S)		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques			
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		Oui Non: Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)			
RAPPORT DE R	ECHERCHE	Uniquement pour line demande de brevet (y compris division et transformation)			
Établissement immédiat ou établissement différé		<b>忆</b>			
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt  Oui  Non			
RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques  ☐ Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) ☐ Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence): AG			
SÉQUENCES DI ET/OU D'ACIDE	SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS		☐ Cochez la case si la description contient une liste de séquences		
Le support électre	Le support électronique de données est joint				
La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe					
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes					
SIGNATURE DU OU DU MANDA		Ph. BLOT n° 98-0404		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI	
(Nom et qualité	du signataire)	P.P.	Plat	on recorded	
		Ville	10		

L'invention concerne un procédé de fabrication d'un demi-produit en alliage de zirconium destiné à l'élaboration d'un produit plat utilisé pour la réalisation d'éléments d'assemblages de combustible.

1

Les assemblages de combustible des réacteurs nucléaires refroidis par de l'eau légère, par exemple les réacteurs nucléaires refroidis par de l'eau sous pression (PWR) et les réacteurs nucléaires refroidis par de l'eau bouillante (BWR) ou encore les assemblages de combustible de réacteurs CANDU comportent des éléments constitués par un alliage de zirconium ayant la propriété d'avoir une faible absorption neutronique dans le cœur du réacteur nucléaire.

Dans le cas des assemblages pour des réacteurs nucléaires de type PWR, les tubes de gainage des crayons de combustible et les plaquettes utilisées pour la fabrication des grilles entretoises de l'assemblage de combustible peuvent être réalisés en alliage de zirconium, en particulier en alliage de zirconium renfermant de l'étain et du fer tel que l'alliage Zircaloy 2 ou Zircaloy 4.

Les boîtiers de forme parallélépipédique des assemblages de combustible pour réacteurs BWR sont également généralement réalisés à partiré de produits plats en alliage de zirconium tel que le Zircaloy 2 ou le Zircaloy 4.

D'autres alliages tels que l'alliage connu sous l'appellation commerciale M5 renfermant essentiellement du zirconium et du niobium sont également utilisés pour la fabrication d'éléments d'assemblages de combustible sous la forme de produits plats ou tubulaires.

De manière générale, les alliages de zirconium utilisés pour la fabrication d'éléments pour assemblages de combustible renferment au moins 97 % de zirconium en poids, le reste de la composition qui représente au plus 3 % en poids, à l'exception des impuretés dues à l'élaboration des alliages, pouvant être constitué de différents éléments et, en particulier, le fer, l'étain ou le niobium.

Les alliages de zirconium répondant à ces conditions relatives à leur composition peuvent se présenter, suivant la température et les traitements thermiques qu'ils ont subis, sous l'une ou l'autre des deux formes allotropi-

20

15

5

10

25

ques du zirconium, c'est-à-dire en phase alpha qui est la phase stable à basse température du zirconium, à structure hexagonale compacte ou en phase bêta qui est la phase stable à haute température à structure cubique.

Dans certaines zones de température ou à l'issue de certains traitements, les alliages de zirconium, tels que les alliages techniques utilisés pour la fabrication d'éléments d'assemblages de combustible définis plus haut peuvent présenter une structure mixte alpha + bêta.

L'élaboration de produits plats en alliage de zirconium fait intervenir de nombreuses étapes successives de formage à chaud et à froid et de traitement thermique.

Le produit de départ est généralement un très gros lingot obtenu par coulée d'un alliage ajusté à la nuance choisie. De manière typique, on réalise la coulée d'un lingot ayant un diamètre compris entre 400 mm et 800 mm et une longueur comprise entre 2 m et 3 m.

Le lingot est chauffé, de manière que l'alliage se trouve en phase bêta puis on réalise une première étape de forgeage sur le lingot chauffé en phase bêta. De manière typique, le lingot peut être chauffé à 1050°C pendant dix heures, préalablement au forgeage.

Après une première étape de forgeage, on réalise une trempe du produit obtenu par forgeage, depuis la phase bêta.

On réalise alors une seconde étape de forgeage à une température inférieure à 800°C, l'alliage étant en phase alpha, dans le cas des alliages de type Zircaloy. A l'issue de la seconde étape de forgeage, le produit obtenu, qui constitue le demi-produit du procédé d'élaboration d'un produit plat, est une brame qui peut avoir une épaisseur de l'ordre de 100 mm.

La brame est ensuite soumise à différentes opérations de laminage à chaud puis de laminage à froid pour obtenir un produit plat final tel qu'un feuillard d'une épaisseur de 0,2 mm à 4 mm. Des traitements thermiques de trempe et de recuit sont effectués entre certaines au moins des opérations de formage du produit plat final.

Le procédé de transformation qui a été décrit comporte de nombreuses phases de traitement successives et en particulier plusieurs trempes

15

20

10

5

25

depuis le domaine bêta pour obtenir le demi-produit tel qu'une brame, qui est formé à chaud et le second produit intermédiaire qui est formé à froid.

Au cours des étapes de refroidissement des produits ou lors des étapes de trempe, le produit en alliage de zirconium vient au contact d'air humide et/ou d'eau, si bien qu'il absorbe de l'hydrogène qui se fixe dans le matériau sous forme d'hydrures.

De manière générale, la présence d'hydrures dans le matériau sous forme de gros précipités est néfaste en ce qui concerne la formabilité à froid et la tenue à la corrosion des produits.

10

5

La précipitation des hydrures se produit généralement dans un intervalle de températures allant de 220°C à 100°C, pendant le refroidissement du produit et les hydrures se forment en une quantité d'autant plus grande et sous une forme plus grossière que le matériau a absorbé davantage d'hydrogène.

15

20

Du fait qu'il est avantageux de limiter la formation des hydrures dans le matériau ou de favoriser la formation préférentielle d'hydrures sous forme fine, il est préférable de conduire les traitements de transformation des produits en alliage de zirconium de manière telle que ces produits absorbent la plus faible quantité possible d'hydrogène, au cours des opérations de formage et de traitement thermique.

- a - 3.

En outre, il serait avantageux de pouvoir simplifier le procédé de formage qui est complexe et comporte de nombreuses opérations successives.

Dans le brevet français 2.334.763, on a proposé un procédé de traitement thermique et/ou thermomécanique d'un alliage de zirconium renfermant plus de 150 ppm de carbone, dans un domaine de températures compris entre 830°C et 950°C, afin de solubiliser une partie au moins du carbone, aucun traitement thermique ultérieur n'étant effectué à une température supérieure à 950°C.

30

25

Le traitement thermique ou thermomécanique dans le domaine de températures de 830°C à 950°C qui correspond à un domaine dans lequel les phases alpha et bêta sont présentes dans l'alliage n'est mis en œuvre qu'après un premier forgeage d'un lingot en phase bêta suivi d'une trempe à l'eau.

Le traitement selon le brevet 2.334.763 n'est adapté qu'à des alliages de zirconium d'un type particulier et ne permet pas de modifier les premières phases de l'élaboration des produits au cours desquelles on effectue une trempe à l'eau. De plus, les étapes d'élaboration ultérieures au traitement thermique ou thermomécanique en phase alpha + bêta ne peuvent être effectuées à une température supérieure à 950°C.

Le procédé selon le brevet antérieur est donc limité quant à ses applications et aux résultats obtenus en ce qui concerne la présence d'hydrures dans le produit final.

10

15

5

Le but de l'invention est de proposer un procédé de fabrication d'un demi-produit en alliage de zirconium contenant en poids au moins 97 % de zirconium, destiné à l'élaboration de produits plats, dans lequel on élabore un lingot de grandes dimensions par coulée de l'alliage de zirconium, puis par forgeage du lingot de grande dimension, le demi-produit destiné à être laminé à chaud puis à froid pour obtenir un produit plat, des traitements thermiques de trempe et de recuit étant intercalés entre certaines au moins des opérations de formage, ce procédé permettant de simplifier et de rendre moins coûteuse la fabrication du produit et de limiter à des niveaux faibles la présence d'hydrures défavorables pour la formabilité et la tenue à la corrosion du produit en alliage de zirconium.

20

Dans ce but, le demi-produit est élaboré à partir du lingot coulé de grandes dimensions, par une seule opération de forgeage à une température à laquelle l'alliage de zirconium est dans un état comportant les phases cristallines  $\alpha$  et  $\beta$  de l'alliage de zirconium.

25

Selon des modalités particulières :

- le demi-produit est une brame ;
- la brame présente une épaisseur d'environ 100 mm et elle est destinée à la fabrication d'un produit plat ayant une épaisseur comprise entre 0,2 mm et 4 mm ;

- le forgeage de l'alliage de zirconium en phase  $\alpha$  et  $\beta$  est réalisé à une température comprise entre 820°C et 960°C ; et
- l'alliage de zirconium renferme au plus 3 % en poids au total d'éléments d'addition constitués par l'un au moins des éléments : étain, fer,

chrome, nickel, oxygène, niobium, vanadium et silicium, le reste de l'alliage étant constitué par du zirconium, à l'exception des impuretés inévitables.

L'invention est également relative à l'utilisation du procédé pour la fabrication d'une brame destinée à l'élaboration d'un produit plat d'une épaisseur comprise entre 0,2 mm et 4 mm pour la réalisation d'un élément pour assemblage de combustible nucléaire tel qu'une plaquette de grille-entretoise d'assemblage de combustible pour réacteur PWR ou une paroi de boîtier d'assemblages de combustible pour réacteur BWR ou encore un élément d'assemblage de combustible d'un réacteur CANDU.

10

5

Afin de bien faire comprendre l'invention, on va décrire, de manière comparative, un procédé de fabrication d'un demi-produit destiné à l'élaboration de produits plats, selon l'art antérieur et selon l'invention.

La figure 1 est un schéma montrant de manière symbolique les différentes étapes d'un procédé de fabrication selon l'art antérieur.

15

La figure 2 est une représentation schématique, analogue à celle de la figure 1, du procédé de fabrication suivant l'invention permettant d'obtenir le demi-produit.

20

Sur la figure 1, on a représenté un lingot coulé 1 qui peut être un lingot de grandes dimensions dont le diamètre peut être compris entre 400 mm et 800 mm et la longueur entre 2 m et 3 m qui est obtenu par coulée d'un alliage de zirconium utilisé pour la fabrication de produits plats pour la réalisation d'éléments d'assemblages de combustible.

25

L'alliage de zirconium peut être par exemple un alliage Zircaloy 2 renfermant, en poids, de 1,2 à 1,7 % d'étain, de 0,07 à 0,20 % de fer, de 0,05 à 0,15 % de chrome, de 0,03 à 0,08 % de nickel, au plus 120 ppm de silicum et 150 ppm de carbone, le reste de l'alliage étant constitué par du zirconium, à l'exception d'impuretés habituelles.

30

L'alliage pour fabriquer le produit plat peut être également un Zircaloy 4 renfermant en poids, de 1,2 à 1,7 % d'étain, de 0,18 à 0,24 % de fer, de 0,07 à 0,13 % de chrome, au plus 150 ppm de carbone, le reste de l'alliage étant constitué par du zirconium et des impuretés.

L'alliage est coulé sous la forme du lingot de grandes dimensions 1 qui est ensuite porté à une température supérieure à 1000°C et par exemple

à une température de 1050°C pendant dix heures, de manière que l'alliage du lingot soit entièrement en phase cubique bêta stable à haute température.

Le lingot coulé est ensuite forgé à une température située dans le domaine bêta de l'alliage et, par exemple, à une température voisine de 1000°C, sous la forme d'un produit plat de forte épaisseur appelé brame, comme représenté par l'étape 2 sur la figure 1.

La brame 3, de forte épaisseur, subit ensuite une trempe à l'eau ou à l'air humide, comme représenté de manière symbolique par les flèches représentant une troisième étape 4 du procédé de fabrication.

Lors d'une quatrième étape représentée en 5 sur la figure 1, la brame de forte épaisseur 3 est forgée à une température située dans le domaine alpha de l'alliage de zirconium, par exemple à une température de l'ordre de 800°C.

On obtient une brame 3 ayant une épaisseur qui peut être de l'ordre de 100 mm et qui constitue le demi-produit issu du forgeage et soumis à un laminage à chaud puis à un laminage à froid pour obtenir le produit plat final sous la forme d'une tôle ou feuillard d'une épaisseur qui peut être comprise entre 0,2 mm et 4 mm.

Le forgeage initial du lingot 1 en phase bêta (étape 2 du procédé) doit être suivi d'une trempe en phase bêta (étape 4 du procédé), du fait que le métal qui se refroidit au cours du forgeage peut comporter une zone externe en phase alpha + bêta entraînant la formation de ségrégations d'éléments alphagènes tels que l'étain et l'oxygène et d'éléments bêtagènes tels que le fer, le chrome, le nickel ou le niobium, suivant les éléments contenus dans l'alliage.

Ces ségrégations sont nuisibles aux propriétés d'utilisation de l'alliage et en particulier aux propriétés de résistance à la corrosion et d'aptitude à l'emboutissage.

La trempe en phase bêta suppose la mise en contact avec la brame 3 d'un milieu de trempe constitué par de l'eau ou de l'air humide, c'est-à-dire un milieu contenant de l'hydrogène.

15

10

5

20

25

De l'hydrogène est absorbé par la brame au moment du traitement thermique et se fixe à l'intérieur de l'alliage sous forme d'hydrures. L'aptitude au formage et la tenue à la corrosion du produit plat en alliage de zirconium sont donc détériorées. Le procédé suivant l'invention pour la fabrication d'une brame desti-5 née à l'élaboration de produits plats sera décrit en regard de la figure 2. Le lingot coulé de grandes dimensions 1 en alliage de zirconium est soumis à une seule opération de forgeage 7 en phase  $\alpha$  +  $\beta$  pour obtenir la brame 8 sensiblement analogue à la brame 3 obtenue par le procédé complexe de forgeage en phase  $\beta$ , trempe depuis la phase  $\beta$  et forgeage en 10 phase  $\alpha$ . Le procédé suivant l'invention consiste donc à substituer aux trois premières étapes 2, 4 et 5 du procédé suivant l'art antérieur, c'est-à-dire à l'étape 2 de forgeage en phase bêta (au-dessus de 1000°C), suivie de l'étape 4 de trempe de la brame 3' depuis la phase bêta et d'un forgeage en 🚁 15 phase alpha à une température inférieure à 800°C, une simple étape 7 de 😹 forgeage en phase alpha + bêta, par exemple dans le cas des alliages Zirca- 3 loy 2 et 4, à une température comprise entre 820°C et 960°C et par exemple à une température de l'ordre de 900°C. Le lingot 1 est forgé de manière qu'on obtienne une brame 8 dont 20 l'épaisseur peut être de l'ordre de 100 mm qui constitue le demi-produit qui est ensuite soumis aux opérations de laminage à chaud et de laminage à froid tel que décrit plus haut, séparées par des étapes de traitement thermique de trempe et de recuit. On a pu observer, en effectuant des analyses sur le demi-produit 8 ou 25 sur des produits plats obtenus à partir du demi-produit, que la quantité d'hydrures contenus dans l'alliage obtenu par le procédé suivant l'invention est sensiblement inférieure à la quantité d'hydrures contenus dans un produit suivant l'art antérieur. On a pu mesurer sur le demì-produit qui est une brame dans le cas 30 de la fabrication de produits plats, une teneur en hydrogène deux fois plus faible que dans le cas du procédé selon l'art antérieur, lorsqu'on met en œu-

vre un forgeage en phase  $\alpha$  et  $\beta$  en remplacement des trois étapes initiales du procédé d'élaboration selon l'art antérieur.

Les hydrures précipités dans le produit suivant l'invention sont également d'une taille généralement plus faible que les hydrures précipités dans un produit plat selon l'art antérieur.

Les propriétés de tenue à la corrosion et de formabilité du produit plat réalisé à partir du demi-produit obtenu selon l'invention sont donc sensiblement supérieures à celles d'un produit obtenu par le procédé selon l'art antérieur.

10

15

5

Ces résultats avantageux et surprenants pourraient être dus à l'absence de la trempe à haute température sur une brame obtenue par forgeage en phase  $\beta$ .

En effet, cette trempe à haute température sur la brame 3' qui est réalisée avec un milieu de trempe contenant de l'hydrogène produit une absorption d'hydrogène par le produit et la formation ultérieure d'hydrures.

En outre, un des avantages du procédé suivant l'invention est de simplifier considérablement le processus de fabrication du demi-produit. On obtient ainsi une réduction substantielle de coût et de durée dans la mise en œuvre du procédé.

20

En outre, le produit n'est porté qu'à une température située dans le domaine  $\alpha$  et  $\beta$ , c'est-à-dire une température sensiblement inférieure à la température de maintien en phase  $\beta$  du procédé suivant l'art antérieur.

25

Dans le cas des alliages Zircaloy 2 et 4 dont la composition a été donnée ci-dessus, le forgeage du lingot 1 en phase  $\alpha$  +  $\beta$  est réalisé dans un intervalle de température allant de 820°C à 960°C et par exemple à 900°C.

Dans le cas des alliages Zircaloy 2 et 4 ou de tout autre alliage renfermant de l'étain, le passage en phase  $\alpha$  +  $\beta$  de l'alliage pour réaliser le forgeage du procédé selon l'invention peut entraı̂ner la formation des ségrégations d'étain.

30

Toutefois, on peut facilement effacer ces ségrégations lors de traitements ultérieurs dans le cadre de l'élaboration du produit plat final à partir du demi-produit.

Dans le cas où l'on applique le procédé de l'invention à des alliages au niobium dont la transition entre les domaines  $\alpha$  et  $\alpha$  +  $\beta$  peut être voisine de 600°C, la température de forgeage en phase  $\alpha$  +  $\beta$  peut être sensiblement inférieure à 900°C, en tenant compte toutefois des propriétés de malléabilité de l'alliage à la température de forgeage.

L'application du procédé selon l'invention à d'autres alliages de zirconium que le Zircaloy ou les alliages au niobium pourrait être envisagée. Ces alliages renferment de manière générale au plus 3 % en poids d'éléments d'addition constitués par l'un au moins des éléments d'addition, étain, fer, chrome, nickel, oxygène, niobium, vanadium et silicium, le reste de l'alliage étant constitué par du zirconium et des impuretés inévitables.

L'invention s'applique en particulier à la fabrication d'un produit plat en alliage de zirconium pour la réalisation d'éléments d'assemblage de combustible tels que des plaquettes pour la réalisation de grilles-entretoises d'assemblages pour réacteur nucléaire de type PWR ou des parois de boîtier pour assemblage pour réacteur BWR, ou des éléments d'assemblages de combustible pour réacteurs CANDU.

L'invention ne se limite pas strictement aux modes de réalisation qui ont été décrits.

La température du forgeage en phase  $\alpha$  et  $\beta$  dépend de la composition de l'alliage de zirconium. Les opérations de forgeage peuvent être réalisées en utilisant les moyens habituels pour le forgeage en phase  $\alpha$  ou en phase  $\beta$  du procédé de l'art antérieur ou d'autres moyens adaptés au forgeage en phase  $\alpha$  +  $\beta$  en une seule opération pour obtenir une brame.

L'invention s'applique, de manière générale, à tout produit en un alliage technique de zirconium défini par les limites de compositions données plus haut.

15

5

10

20

10

15

20

25

30

#### REVENDICATIONS

- 1.- Procédé de fabrication d'un demi-produit en alliage de zirconium contenant en poids au moins 97 % de zirconium, destiné à l'élaboration de produits plats, dans lequel on élabore un lingot de grandes dimensions par coulée de l'alliage de zirconium, puis par forgeage du lingot de grandes dimensions, le demi-produit destiné à être laminé à chaud puis à froid pour obtenir un produit plat, des traitements thermiques de trempe et de recuit étant intercalés entre certaines au moins des opérations de formage, caractérisé par le fait que le demi-produit (18) est élaboré à partir du lingot coulé de grandes dimensions (1), par une seule opération de forgeage à une température à laquelle l'alliage de zirconium est dans un état comportant les phases cristallines  $\alpha$  et  $\beta$  de l'alliage de zirconium.
- 2.- Procédé suivant la revendication 1, caractérisé par le fait que le demi-produit est une brame (18).
- 3.- Procédé suivant la revendication 2, caractérisé par le fait que la brame (18) présente une épaisseur d'environ 100 mm et qu'elle est destinée à la fabrication d'un produit plat ayant une épaisseur comprise entre 0,2 mm et 4 mm.
- 4.- Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que le forgeage de l'alliage de zirconium en phase  $\alpha$  et  $\beta$  est réalisé à une température comprise entre 820°C et 960°C.
- 5.- Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que l'alliage de zirconium renferme au plus 3 % en poids au total d'éléments d'addition constitués par l'un au moins des éléments : étain, fer, chrome, nickel, oxygène, niobium, vanadium et silicium, le reste de l'alliage étant constitué par du zirconium, à l'exception des impuretés inévitables.
- 6.- Utilisation du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 pour la fabrication d'une brame destinée à l'élaboration d'un produit plat d'une épaisseur comprise entre 0,2 mm et 4 mm pour la réalisation d'un élément pour assemblage de combustible nucléaire tel qu'une plaquette de grille-entretoise d'assemblage de combustible pour réacteur PWR ou une

#### **REVENDICATIONS**

- 1.- Procédé de fabrication d'un demi-produit en alliage de zirconium contenant en poids au moins 97 % de zirconium, destiné à l'élaboration de produits plats, dans lequel on élabore un lingot de grandes dimensions par coulée de l'alliage de zirconium, puis par forgeage du lingot de grandes dimensions, le demi-produit destiné à être laminé à chaud puis à froid pour obtenir un produit plat, des traitements thermiques de trempe et de recuit étant intercalés entre certaines au moins des opérations de formage, caractérisé par le fait que le demi-produit (8) est élaboré à partir du lingot coulé de grandes dimensions (1), par une seule opération de forgeage à une température à laquelle l'alliage de zirconium est dans un état comportant les phases cristallines  $\alpha$  et  $\beta$  de l'alliage de zirconium.
- 2.- Procédé suivant la revendication 1, caractérisé par le fait que le demi-produit est une brame (8).
- 3.- Procédé suivant la revendication 2, caractérisé par le fait que la brame (8) présente une épaisseur d'environ 100 mm et qu'elle est destinée à la fabrication d'un produit plat ayant une épaisseur comprise entre 0,2 mm et 4 mm.
- 4.- Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que le forgeage de l'alliage de zirconium en phase  $\alpha$  et  $\beta$  est réalisé à une température comprise entre 820°C et 960°C.
- 5.- Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que l'alliage de zirconium renferme au plus 3 % en poids au total d'éléments d'addition constitués par l'un au moins des éléments : étain, fer, chrome, nickel, oxygène, niobium, vanadium et silicium, le reste de l'alliage étant constitué par du zirconium, à l'exception des impuretés inévitables.
- 6.- Utilisation du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 pour la fabrication d'une brame destinée à l'élaboration d'un produit plat d'une épaisseur comprise entre 0,2 mm et 4 mm pour la réalisation d'un élément pour assemblage de combustible nucléaire tel qu'une plaquette de grille-entretoise d'assemblage de combustible pour réacteur PWR ou une

**15** 

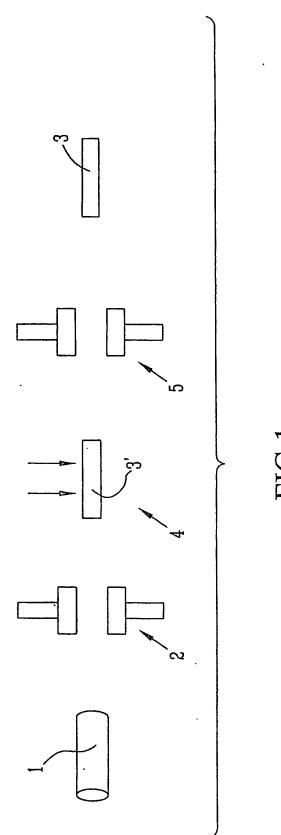
5

10

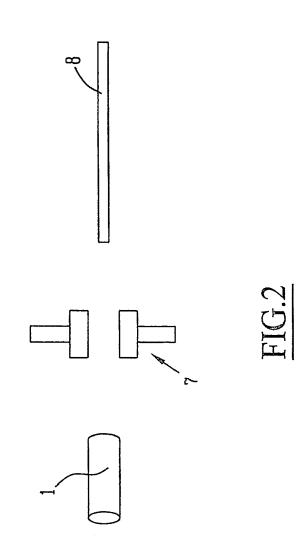
20

25

paroi de boîtier d'assemblages de combustible pour réacteur BWR ou encore un élément d'assemblage de combustible d'un réacteur CANDU.



I.C.I





# BREVET D'INVEN



Code de la propriété intellectuelle - Livre Vi



**DÉPARTEMENT DES BREVETS** 

26 bis, rue de Saint Pétersbourg 75800 Paris Cedex 08

# DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page Nº 4./4.



(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

řéléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86		53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 9	Cet imprimé est à remplir lisiblement à	l'encre noire DB 113 W / 270601
Vos références pour ce dossier (facultatif)		our ce dossier (facultatif)	BEF 01/0141	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		EMENT NATIONAL	03 00316	
TITR	E DE L'INVER	NTION (200 caractères ou espa		
Pr l'	rocédé d élabora	le fabrication ( tion d'un produ	d'un demi-produit en alliage it plat et utilisation.	e de zirconium pour
LE(S	) DEMANDE	UR(S) :		
CC	COMPAGNIE EUROPEENNE DU ZIRCONIUM-CEZUS			
DES	SIGNE(NT) E	N TANT QU'INVENTEUR(	s) :	
	Nom		BARBERIS	
	Prénoms		Pierre, Joseph, Georges	
	Adresse	Rue	309 chemin des Cèc	ires
1		Code postal et ville		FRANCE
	Société d'appartenance (facultalif)			
2	2 Nom		RIZZI	
	Prénoms :		Noël, Joseph	
	Adresse	Rue	496, route de la 0	Gare
		Code postal et ville	LILL 74210 DOUSSARD	FRANCE
	Société d'app	oartenance <i>(facultalif)</i>		
3	3 Nom		ROBBE	
	Prénoms		Xavier, Bernard	
	Adresse	Rue	95, place de l'Eu	rope
		Code postal et ville	L;       73200 ALBERTVILLE	FRANCE
		partenance (facultatif)		
	S'il y a plus e	de trois inventeurs, utilisez p	lusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N	o de la page suivi du nombre de pages.
	DU (DES) D OU DU MAN	GNATURE(S) EMANDEUR(S) IDATAIRE alité du signataire)	Paris, le 19 février 2003  C. JACOBSON n° 92.1119	

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

#### **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
□ OTHER.

### IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.